

EDICT OF GOVERNMENT

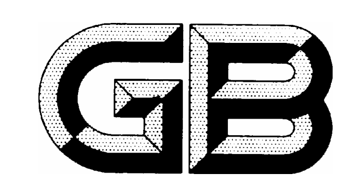
GB 27599 (2011) (Chinese): Titanium dioxide for cosmetic use



BLANK PAGE



ICS 71.060.20
G 13



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

化妆品用二氧化钛

Titanium dioxide for cosmetic use

（报批稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

本标准中的第 5 章中的重金属、砷、铅、汞四项指标、第 8 章内容为强制性，其他为推荐性。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：上海江沪钛白化工制品有限公司、中海油天津化工研究设计院、江苏河海纳米科技股份有限公司、河南佰利联化学股份有限公司。

本标准主要起草人：谢益元、王昭元、郭永欣、范国强、徐斌海、陈建立。

本标准为首次发布。

化妆品用二氧化钛

1 范围

本标准规定了化妆品用二氧化钛的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于化妆品用二氧化钛粉体。该产品用于化妆品中主要起遮盖、改善肤色、增白及屏蔽紫外线的作用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版本均不适用于本标准。然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191－2008 包装储运图示标志（ISO 780：1997，MOD）

GB/T 1706－2006 二氧化钛颜料

GB/T 5009.74－2003 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682－2008 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 7917.1－1987 化妆品卫生化学标准检验方法 汞

GB/T 7917.2－1987 化妆品卫生化学标准检验方法 砷

GB/T 7917.3－1987 化妆品卫生化学标准检验方法 铅

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9086－2007 用于色度和光度测量的标准白板

GB/T 19591－2004 纳米二氧化钛

3 分子式和相对分子质量

分子式：TiO_2

相对分子质量：79.87（按 2007 年国际相对原子质量）

4 分类与分型

4.1 分类

化妆品用二氧化钛分为两类：Ⅰ类：未经过表面处理；Ⅱ类：经过表面处理。

4.2 分型

化妆品用二氧化钛Ⅰ类分为锐钛型（A）和金红石型（R）；

化妆品用二氧化钛Ⅱ类分为普通锐钛型（A）、普通金红石型（R）和纳米金红石型（NR）；

4.3 分规格

Ⅱ类各型分为亲水和亲油两个规格。

5 要求

5.1 外观：白色粉末。

5.2 化妆品用二氧化钛应分别符合表 1 和表 2 要求：

表 1 Ⅰ类产品的要求

项目		指标	
		锐钛型（A）	金红石型（R）
二氧化钛（TiO_2）*w*/%	≥	98	98
干燥减量 *w*/%	≤	0.5	0.5
灼烧失量 *w*/%	≤	0.5	0.5
水溶物 *w*/%	≤	0.5	0.3
重金属（以 Pb 计）*w*/%	≤	0.0020	0.0020
砷（As）*w*/%	≤	0.0005	0.0005
铅（Pb）*w*/%	≤	0.0010	0.0010
汞（Hg）*w*/%	≤	0.0001	0.0001
pH		6.5～8.5	6～8
白度（Wh）	≥	90	90
细度（<45 μm）*w* /%	≤	0.1	0.1

表 2 Ⅱ类产品的要求

项目		指标					
		普通锐钛型（A）		普通金红石型（R）		纳米金红石型（NR）	
		亲水	亲油	亲水	亲油	亲水	亲油
二氧化钛（TiO_2）*w*/%	≥	90	90	90	85	70	75
干燥减量 *w*/%	≤	2	1	1	1	协议	协议
灼烧失量 *w*/%	≤	3	6	5	10	协议	协议
水溶物 *w*/%	≤	2	—	2	—	协议	—
重金属（以 Pb 计）*w*/%	≤	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020
砷（As）*w*/%	≤	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
铅（Pb）*w*/%	≤	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010
汞（Hg）*w*/%	≤	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001
pH[a]		6.5～9.5	—	6.5～9.5	—	6.5～9.5	—
白度（Wh）	≥	90	90	90	90	90	90
细度（<45 μm）*w* /%	≤	0.1	—	0.1	—	—	—
平均晶粒度/nm	≤	—	—	—	—	100	100
紫外线透过率/ %	≤	—	—	协议	协议	协议	协议
表面处理剂[b]		协议	协议	协议	协议	协议	协议

[a] 如用户对亲油规格产品的pH值有要求，可根据产品实际情况协商确定。

[b] 产品出厂时应标示产品所用表面处理剂的类型。

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃，操作时应在通风橱中进行，避免与明火接触。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682－2008中规定的三级水。

6.3 外观检验

在自然光下，用目视法判定外观。

6.4 鉴别试验

6.4.1 试剂

6.4.1.1 硫酸；

6.4.1.2 过氧化氢溶液：20％。

6.4.2 分析步骤

称取约0.5 g试样，加5 mL硫酸，慢慢加热，直至硫酸出现烟雾，冷却。小心谨慎的用水稀释到100mL，过滤。然后取约5 mL滤液，加入数滴过氧化氢溶液，滤液出现橙红色。

6.5 晶型测定

6.5.1 仪器

X射线衍射仪：X射线发生器功率可达（40 kV / 40 mA）。

6.5.2 分析步骤

将样品按X射线衍射仪要求压片后进行测定。调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内达到最大值，角度范围从20°～80°，通过观察测定晶面特征衍射峰的位置（锐钛型25°左右，金红石型27°左右）来判断样品的晶型。

6.6 二氧化钛含量的测定－铝还原法

6.6.1 方法提要

同GB/T 1706－2006第7.1.1条。

6.6.2 试剂和材料

同GB/T 1706－2006第7.1.2条。

6.6.3 仪器、设备

同GB/T 1706－2006第7.1.3条。

6.6.4 分析步骤

称取0.20 g±0.01 g按6.7条干燥后的试样，精确至0.0002 g，以下同GB/T 1706－2006第7.1.4.3条。

6.6.5 结果计算

同 GB/T 1706－2006 第 7.1.5 条。

6.7 干燥减量测定

同 GB/T 1706－2006 第 7.2 条，干燥 3h。保留试料用于灼烧失量测定。

6.8 灼烧失量测定

6.8.1 仪器、设备

高温炉：温度能控制在 800 ℃±25 ℃。

6.8.2 分析步骤

称取约 2 g 按 6.7 条干燥后的试样，精确至 0.0002 g，置于预先于 800℃±25℃下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于高温电炉中在 800℃±25℃下灼烧至质量恒定。

6.8.3 结果计算

灼烧失量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots（1）$$

式中：

m_1——灼烧前试料和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_2——灼烧后试料和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m——灼烧前试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

6.9 水溶物含量测定

同 GB/T 1706－2006 第 7.3 条。

6.10 重金属含量的测定

6.10.1 方法提要

同 GB/T 5009.74－2003 第 2 章。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸溶液：1＋19；

6.10.2.2 乙酸溶液：1＋19；

6.10.2.3 其他试剂同 GB/T 5009.74－2003 第 3 章。

6.10.3 仪器、设备

同 GB/T 5009.74－2003 第 4 章。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 试验溶液 A 的制备

称取 10.0 g±0.1 g 试样，置于 250 mL 烧杯中，加 50 mL 盐酸溶液，加热至沸，再缓缓地煮沸 15 min。用离心分离使不溶物沉降。用定性滤纸过滤上层清液，再用 10 mL 热水洗涤烧杯和残渣，反复洗涤 3 次。最后用 10 mL～15 mL 的热水冲洗滤纸，将收集的滤液和洗液冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。将此溶液作为试验溶液 A，保留此溶液用于重金属、砷、铅和汞的测定。

6.10.4.2 测定

移取 10 mL 试验溶液 A，置于 50 mL 纳氏比色管中，加入一滴酚酞指示液，滴加氨水溶液至呈微红色，加 2 mL 乙酸溶液，用水稀释至 50 mL，作为检测溶液，以下按 GB/T 5009.74－2003 第 6 章操作。

标准比色溶液是：移取 2 mL 铅标准溶液（1 mL 溶液含有 0.01 mg Pb），置于 50 mL 纳氏比色管中，与试样同时同样处理。

6.11　砷含量的测定

移取 10 mL 试样溶液 A（6.10.4.1），其他操作同 GB/T 7917.2－1987 第 1 章。

6.12　铅含量的测定

移取 10 mL 试验溶液 A（6.10.4.1），其他操作同 GB/T 7917.3－1987 第 1 章。

6.13　汞含量的测定

移取 1 mL 试验溶液 A（6.10.4.1），其他操作同 GB/T 7917.1－1987 第 5 章。

6.14　pH 值的测定

同 GB/T 1706－2006 第 7.8 条。

6.15　白度的测定

6.15.1　仪器、设备

6.15.1.1　白度计：带有标准白度板和工作白度板，分度值 0.2；

6.15.1.2　标准白度板：符合 GB/T 9086－2007 规定的粉体标准白板或无光泽的陶瓷标准白板；

6.15.1.3　工作标准白度板：符合GB/T 9086－2007规定的有光泽的陶瓷标准白板。

6.15.2　分析步骤

用定期标定过的标准白度板校正工作标准白度板。用工作标准白度板将白度仪调整至工作状态，将试样均匀地置于粉末皿中，使试样面超过粉末皿约 2 cm。用光洁的玻璃板覆盖在试样的表面上，压紧试样，并稍加旋转，移去玻璃板；或用恒压粉体压样器压样。沿水平方向观察试样表面，应无凹凸不平、疵点和斑痕异常情况。

将试样皿置于仪器台上，测定亨特白度值（Wh），读准至 0.1；将试样皿在仪器台上旋转 90°，测定白度值，读准至 0.1；再旋转 90°，测定白度值，读准至 0.1。三次读数结果极差不得大于 0.5。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 1。

6.16　细度的测定

细度（<45 μm）测定同 GB/T 1706－2006 第 7.4 条。

6.17　平均晶粒度测定

6.17.1　仪器

X 射线衍射仪：综合稳定度优于 1%，测角仪精度优于 0.001°。

6.17.2　分析步骤

同 GB/T 19591－2004 第 5.6 条。

6.18　紫外线透过率测定

紫外线透过率测定方法可按协议方法操作。

7 检验规则

7.1 本标准要求中规定的全部项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的化妆品用二氧化钛为一批，每批产品不超过 10 t。

7.3 按 GB/T 6679 中的规定确定采样单元数。采样时将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、型号、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定。

7.4 生产企业应保证每批生产的化妆品用二氧化钛都符合本标准要求。

7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 化妆品用二氧化钛包装容器上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用二氧化钛”字样、类别、型号、规格、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号和标志、卫生许可证号、本标准编号及 GB/T 191－2008 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的化妆品用二氧化钛都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、“化妆品用二氧化钛”字样、类别、型号、规格、净含量、批号或生产日期、保质期、生产许可证号及标志、卫生许可证号、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 化妆品用二氧化钛内包装采用聚乙烯薄膜袋或铝塑复合薄膜袋，外包装采用纸箱、纸桶或塑料桶包装。每袋净含量 5 kg、10 kg 或 25 kg。用户对包装有特殊要求时，可供需协商。

9.2 化妆品用二氧化钛在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮，包装不得受到污损。运输工具应清洁、干燥；不得与有毒有害物品及其他污染物品混运。

9.3 化妆品用二氧化钛应贮存在干燥库房处，防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品及其他污染物品混贮。

9.4 化妆品用二氧化钛在符合标准包装、运输、贮存条件下，自出厂之日起保质期不少于 24 个月。
